

Requested Patent: JP62125827A

Title: HARM-REMOVING METHOD FOR GAS CONTAINING BORON TRICHLORIDE ;

Abstracted Patent: JP62125827 ;

Publication Date: 1987-06-08 ;

Inventor(s): ISODA MINORU; others: 02 ;

Applicant(s): SEITETSU KAGAKU CO LTD ;

Application Number: JP19850265567 19851125 ;

Priority Number(s): ;

IPC Classification: B01D53/34 ;

Equivalents: JP1862850C, JP5080243B

ABSTRACT:

PURPOSE: To completely hydrolyze boron trichloride and to prevent the chocking trouble in a system due to produced solid B₂O₃ by introducing gas contg. boron trichloride into a rotary type fine foam generator and subjecting it to gas-liquid contact.

CONSTITUTION: Harm-removing soln. 19 consisting of water or an alkali aq. soln. is heated at about 40-60 deg.C with a heater 16 and the prescribed amount thereof is continuously fed to a harm removing device 20 with a pump 12. Thereafter a rotary atomizer 8 is started by a motor 9 and gaseous BCl₃ is introduced into a system. BCl₃ is high efficiently brought into gas-liquid contact with the harm-removing liquid by means of the rotary atomizer 8 in the harm removing device 20 and completely hydrolyzed and removed. B₂O₃ produced by hydrolysis is not present as solid and the whole amount thereof is dissolved in the liquid and discharged to drainage 10.

⑪ 公開特許公報 (A)

昭62-125827

⑤Int.Cl.⁴
B 01 D 53/34識別記号
134庁内整理番号
B-6816-4D

⑩公開 昭和62年(1987)6月8日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑪発明の名称 三塩化ホウ素含有ガスの除害法

⑩特願 昭60-265567

⑩出願 昭60(1985)11月25日

⑪発明者 磯田 実 加古川市尾上町口里790-6

⑪発明者 中川 幸一 加古川市野口町二屋321-11

⑪発明者 中村 秀樹 姫路市白浜町乙29-11

⑩出願人 製鉄化学工業株式会社 兵庫県加古郡播磨町宮西346番地の1

印月 純田 喜壽

1. 発明の名称

三塩化ホウ素含有ガスの除害法

2. 特許請求の範囲

(1) 三塩化ホウ素を含有するガスを回転式微細気泡発生装置に導き、水又はアルカリ水溶液と気液接触させ、三塩化ホウ素を除去することを特徴とする排ガスの除害法。

(2) 水又はアルカリ水溶液の温度を40℃～70℃の範囲に保持して気液接触させる特許請求の範囲(1)記載の方法。

(3) 回転式微細気泡発生装置に導入するガスの流速が5m/sec以上である特許請求の範囲(1)記載の方法。

(4) アルカリ水溶液が水酸化ナトリウムである特許請求の範囲(1)記載の方法。

3. 発明の詳細な説明

[発明の目的]

(産業上の利用分野)

本発明は主として半導体製造に使用される三塩化ホウ素を含有する排ガスから三塩化ホウ素を高効率かつ安全に除害し得る新規な除害方法である。

(従来技術)

従来公知の三塩化ホウ素の除害方法には、大別して乾式と湿式の2つの方法があり、前者の乾式法では三塩化ホウ素を吸着剤で吸着除去する方法、又後者の湿式法ではラシヒリング等の充填物を充填した洗浄塔で気液接触させ除去する方法が知られている。しかし、上記の除害方法は種々の欠点を含んでいる。例えば乾式法では、吸着器内及びその入口、出口系内で加水分解により生成するB₂O₃による閉塞トラブルが発生しており、又吸着剤破過時の吸着器切替及び再生作業、その際付随して起こる吸着剤の廃棄作業等の2次的付

帯作業の繁雑さと脱気された BCl_3 の発生が問題となる。一方、湿式方法では、除密効率が十分でないため未分解 BCl_3 が塔出口ダクト内で加水分解して生成する B_2O_3 による白煙や閉塞トラブルが発生する。いずれの方法も BCl_3 が系内水分により加水分解され生成する固体物 B_2O_3 による閉塞トラブルが従来法の大きな欠点である。

(発明が解決しようとする問題点)

前記従来法での欠点について種々考察した本発明者らは下記項目についてその解決方法を見い出した。

- (1) 固体物 B_2O_3 の要因による系内閉塞トラブルの解消方法。
- (2) BCl_3 を完全に加水分解する方法。

[発明の構成]

(問題を解決するための手段)

本発明者らは従来法の欠点を排除すべく鋭意研

が発生する。本発明者らは除密液温度と B_2O_3 の溶解度に着目し、除密液を加温すること、具体的には40℃～70℃の温度範囲に維持して気液接触させると閉塞は起こらず、好結果が得られることができた。これより低い温度では B_2O_3 の溶解度が悪くなり、温度が逆に高すぎると水又は水溶液が泡立ち、気液接触効率が悪くなる。除密器内に回転式微細気泡装置（ロータリーアトマイザー）を使用して処理ガスを5m/sec以上の流速で導入することにより BCl_3 をほぼ完全に加水分解することができる。本発明を実施した場合、 BCl_3 が完全に加水分解され、生成する B_2O_3 が固体として存在せず、液中に全量溶存しながら排出される。このことは排出ガスダクト内では B_2O_3 による白煙の発生及び閉塞トラブルは一切無かった事実からも実証できた。

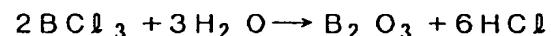
本発明の実施態様の一例を図-1に従って示せば、次の通りである。

乾燥 N_2 ガス2を導入して除密器20まで系内を乾燥し、除密液19（水又はアルカリ水溶液）

充した結果、 BCl_3 を完全に加水分解するための除密液との気液接触条件及び加水分解時に生成する固体物 B_2O_3 を水溶液として閉塞なしに排出する方法を知り、本発明に到達した。

本発明の要旨は三塩化ホウ素を含有するガスを回転式微細気泡発生装置に導き、水又はアルカリ水溶液と気液接触させ、三塩化ホウ素を完全に除去することを特徴とし、気液接触の条件として処理ガスを5m/sec以上の流速で回転式微細気泡装置へ導入し、水又はアルカリ水溶液の温度を40℃～70℃に保持して行なう方法である。除密液のアルカリは水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等があるが、経済性を考慮すれば水酸化ナトリウムの使用が最も有利である。

BCl_3 の加水分解反応は次式で示される。



上式中、 B_2O_3 は常温での水への溶解度が小さく、従来湿式法では系内で B_2O_3 が析出し、水溶液の系、排出ガス系の両方で閉塞のトラブル

を加温器16に導入する。除密液19は加温器16に内蔵されているヒーター18により加温器16中で除密液を所定温度に加温調節し、ポンプ12で所定量を調節弁14で調節、流量計13で確認され除密器20へ連続供給される。供給された除密液19は除密器20内で液量が一定になるよう連続排出される工夫がとられている。これは除密液中 B_2O_3 濃度を一定に保つためである。次にロータリーアトマイザー8に連続されているモーター9を始動し、 BCl_3 ガス2を系内に導入させる。混合器3内で N_2 ガス1と混合された BCl_3 含有ガスは調節弁4で所定量を流量計5で確認している。 BCl_3 は除密器20内ロータリーアトマイザー8により高効率で除密液と気液接触され、完全に加水分解除去される。この時系内の除密状況は除密器20出口よりの排ガス17系に BCl_3 ガス分析系11により又、閉塞の有無は圧力計7及び圧力計15でそれぞれ確認している。一方、 B_2O_3 を溶存含有する除密液は連続的に排水10へ排出される。

〔実施例〕

実施例1～3および比較例1

BCl_3 9 : Cl_2 1 : N_2 90重量%組成のガスを 2.22 Nl / inの割合で除害器内のロータリーアトマイザ下部に導入し、一方除害液は 200cc/minの割合で除害器上部に導入して気液接触を行なった。また、比較として、ラシヒリングを充填した充填式除害器を用いたことと温度条件を変更したこと以外は実施例と同じ条件で操作した。その結果を下記の第1表に示した。

第1表

実施条件	実施例1	実施例2	実施例3	比較例1
除害液	水	10%NaOH水溶液	10%KOH水溶液	水
除害液温度 (°C)	50	50	50	25
ロータリーアトマイザ回転数 (r.p.m)	2400	1200	1200	—
除害器出口 排ガス中 BCl_3 濃度	0.1ppm 以下	0.1ppm 以下	0.1ppm 以下	100ppm
排出系 B_2O_3 析出	無	無	無	有
除害法	本発明法	本発明法	本発明法	充填式 洗浄法

第1表で明らかな通り、除害液を50℃に加温し、ロータリーアトマイザーを1200~2400r.p.mで回転させ、BCl₃ガスを除害液と気液接触させる事によりBCl₃はほとんど完全に加水分解除去されている。これは比較例にある除害器出口BCl₃濃度及びB₂O₃析出発生の事態と比較して、本発明はきわめて有効な除害法である。

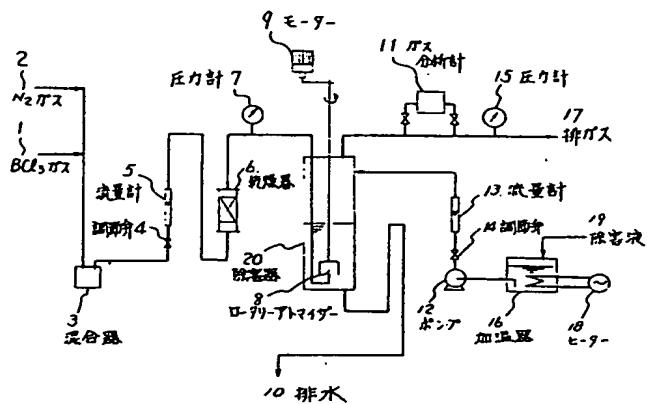
〔発明の効果〕

以上に述べた通り本発明はきわめて有効なBCl₃除害法であり、特にBCl₃を使用する半導体製造工程で発生する排ガス処理法として大いに期待し得るものである。又、本発明は従来法に比べて除害作業の省力化及び経済性向上に寄与出来るものと考えられる。

出願人 製鉄化学工業株式会社

代表者 増田 裕治

図-1



手続補正書（自発）

昭和60年12月27日

特許庁長官 宇賀 道郎殿



1 事件の表示

昭和60年特許願第265567号

以上

2. 発明の名称

三塩化ホウ素含有ガスの除害法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

〒675-01

住所 兵庫県加古郡播磨町宮西346番地の1

名称 製鉄化学工業株式会社

(0794-37-2151)

代表者 増田 裕治



4. 補正の対象 明細書



手続補正書(方式)

昭和61年3月7日

特許庁長官 宇賀 道郎殿



1 事件の表示

昭和60年特許願第265567号

2. 発明の名称

三塩化ホウ素含有ガスの除害法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

〒675-01

住所 兵庫県加古郡播磨町宮西346番地の1

名称 製鉄化学工業株式会社

(☎0794-37-2151)

代表者 増田 裕治



4. 補正命令の日付・昭和61年2月25日

4. 補正の対象 明細書

5. 補正の内容

加

(1) 細書第9頁第14行のあとに以下の文を添
入する。

「4. 図面の簡単な説明

図-1は本発明の実施態様の一例を示すフロー
シートである。」

以上

